

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

Docket No. 000023.00106

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Jan Ulke Stoffelsma

GAU:

SERIAL NO: Unknown

EXAMINER:

FILED: Concurrently Herewith

FOR: Method for Forming an Article Comprising Closed-Cell Microfoam From Thermoplastic

PRIORITY REQUEST

COMMISSIONER FOR PATENTS  
WASHINGTON, D.C. 20231

JC996 U.S. PTO  
10/034254  
01/03/02

4  
#Phe  
3-25-02

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number , filed , is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Provisional Application Serial Number , filed , is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e).
- ☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
The Netherlands	1012621	July 16, 1999
U.S.	09/354,714	July 16, 1999

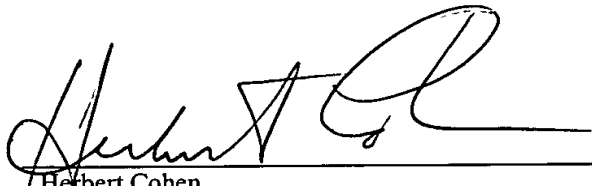
Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ is submitted herewith
- ☒ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. filed
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number .  
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and
- (B) Application Serial No.(s)
- ☐ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

BLANK ROME COMISKY & MCCAULEY LLP

THE FARRAGUT BUILDING  
SUITE 1000  
900 17<sup>TH</sup> STREET, NW  
WASHINGTON, DC 20006  
TEL (202) 530-7400  
FAX (202) 463-6915

  
Herbert Cohen  
Registration No. 25,109

Date: January 3, 2002

KONINKRIJK DER



NEDERLANDEN

1c996 U.S. PTO  
10/034254  
01/03/02

Bureau voor de Industriële Eigendom



This is to declare that in the Netherlands on July 16, 1999 under No. 1012621,  
in the name of:

**WAVIN B.V.**

in Zwolle

a patent application was filed for:

"Werkwijze voor het vormen van een microschuim met gesloten cellen omvattend voorwerp uit  
thermoplastische kunststof",

("Method for forming an article comprising closed-cell microfoam from thermoplastic")

and that the documents attached hereto correspond with the originally filed documents.

Rijswijk, December 11, 2001.

In the name of the president of the Netherlands Industrial Property Office

N.A. Oudhof

Werkwijze voor het vormen van een microschuim met gesloten cellen omvattend voorwerp uit thermoplastische kunststof.

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het vormen  
5 van een microschuim met gesloten cellen omvattend voorwerp uit  
thermoplastische kunststof waarin tenminste één gesmolten  
thermoplastische kunststof die een schuimmiddel omvat onder  
druk aan een vormingsbewerking wordt onderworpen en na tenmin-  
ste gedeeltelijk aflaten van de druk wordt afgekoeld die is  
10 gekenmerkt doordat de hoeveelheid schuimmiddel in hoofdzaak  
gelijk is aan de hoeveelheid die overeenkomt met de door het  
schuimmiddel afgegeven hoeveelheid gas die wordt omvat door een  
dichtste bolstapeling van schuimcellen van een bepaalde, over  
het gehele schuim in hoofdzaak gelijkmatige, schuimceldiameter  
15 bij de tijdens het afkoelen heersende druk.  
Bij toepassing van stikstof als fysisch schuimmiddel en PP als  
kunststof is de concentratie ongeveer 0,12% betrokken op het  
gewicht van de thermoplastische kunststof terwijl bij toepassen  
van kooldioxide als schuimmiddel de waarde ongeveer 0,19%  
20 bedraagt.  
Doelmatig wordt de werkwijze als extrusiewerkwijze uitgevoerd,  
eventueel als coëxtrusiewerkwijze.  
De toepassing van talk als nucleatiemiddel is gunstig en de  
concentratie talk blijkt in de werkwijze volgens de uitvinding  
25 bepalend te zijn voor de gemiddelde schuimceldiameter.

7 II

995108/Ba/EBU

Korte aanduiding: Werkwijze voor het vormen van een microschuim met gesloten cellen omvattend voorwerp uit thermoplastische kunststof.

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het vormen van een microschuim met gesloten cellen omvattend voorwerp uit thermoplastische kunststof waarin tenminste één gesmolten thermoplastische kunststof die een schuimmiddel omvat onder druk aan een vormingsbewerking wordt onderworpen en na tenminste gedeeltelijk aflaten van de druk wordt afgekoeld.

Een dergelijke werkwijze is bekend uit WO-98/08667.

In bedoelde publicatie wordt een extrusiewerkwijze beschreven voor het vormen van voorwerpen uit thermoplastische kunststof waarbij een stroom gesmolten thermoplastische kunststof onder druk met een fluïdum wordt gemengd dat bij omgevingsomstandigheden gas is waarna het mengsel van gesmolten thermoplastische kunststof en fluïdum aan een zogenaamde kernvormingsbewerking of nucleatie wordt onderworpen ter vorming van plaatsen in het mengsel die de vorming van gasbellen tijdens en na vormgeving en drukverlaging bevorderen. Het gebruikte fluïdum is een materiaal dat bij omgevingsomstandigheden een gas is en kan bijvoorbeeld stikstof, kooldioxide, lucht en dergelijke zijn.

De hoeveelheid fluïdum die in bedoeld publicatie wordt toegepast is vrij groot en bedraagt bijvoorbeeld tenminste 2 gew.% gebaseerd op het gewicht van het totale mengsel. Aangegeven wordt dat een gelijkmatig schuim met microcellen wordt verkregen met diameters van minder dan 50 micrometer waarbij eveneens de diameter over het gehele schuim gelijkmatig is.

Aanvraagster heeft uitgebreid onderzoek gedaan en heeft gevonden dat bedoelde werkwijze weliswaar het vervaardigen van een schuim met kleine schuimcellen mogelijk maakt maar dat de gelijkmatigheid van de schuimceldiameter en de reproduceerbaarheid van de werkwijze te wensen overlaten terwijl in bepaalde gevallen eveneens de sterkte van het gevormde voorwerp te

wensen overlaat.

Verrassenderwijs is nu gevonden dat een uitstekende gelijkmatigheid van schuimceldiameter verkregen kan worden en zeer goede, reproduceerbare, sterkte-eigenschappen alsmede een  
 5 zeer goede productreproduceerbaarheid wanneer de toegepaste hoeveelheid schuimmiddel in hoofdzaak gelijk is aan de hoeveelheid die overeenkomt met de door het schuimmiddel afgegeven  
 10 hoofdzaak gelijkmatige, schuimceldiameter bij de tijdens het afkoelen heersende druk.

Anders gezegd, gevonden is dat allerlei problemen die worden ondervonden in de stand van de techniek samenhangen met het gebruik van een overmatige hoeveelheid schuimmiddel en dat  
 15 toepassen van een hoeveelheid schuimmiddel die in hoofdzaak overeenkomt met een hoeveelheid gas die is opgenomen in een dichtste bolstapeling van schuimcellen zeer geschikt is om een zeer gelijkmatig schuim te vormen en dat sterk grotere hoeveelheden tot onaanvaardbare ongelijkmatigheid van de schuimceldia-  
 20 meter leiden.

Uiteraard zal in de werkwijze volgens de uitvinding een hoeveelheid schuimmiddel die enigszins groter is dan de theoretisch, bij een dichtste bolstapeling passende, hoeveelheid kunnen worden toegelaten om bijv. te compenseren voor eventueel  
 25 optredende lichte lekkage van de apparatuur. Er dient echter voor gezorgd te worden dat de tijdens het opschuimen aanwezige hoeveelheid gas in grote lijnen juist voldoende is voor het vormen van een dichtste bolstapeling van schuimcellen van een bepaalde, relatief kleine, diameter.

30 In de stand van de techniek zoals hiervoor genoemd is uitgebreid een extrusieproces beschreven; bovengenoemde aanhef omvat in z'n algemeenheid het vormgeven waarin een mengsel van thermoplastische kunststof en een schuimmiddel aan een vormingsbewerking wordt onderworpen en na volledig aflaten van de  
 35 druk wordt afgekoeld. De werkwijze volgens de uitvinding kan derhalve een extrusiewerkwijze zijn doch ook een spuitgietwerkwijze of elke andere werkwijze waarin een mengsel van gesmolten thermoplastische kunststof en een gasvormend fluïdum onder druk vormgegeven kan worden waarna door aflaten van de druk en  
 40 afkoelen het schuimcellen bevattend voorwerp wordt verkregen.

Bij spuitgieten zal afkoelen in de regel bij een druk plaatsvinden die ligt tussen de inspuitedruk en omgevingsdruk; de uitvinding beoogt derhalve een dichtste bolstapeling van schuimcellen bij de direct na primaire vormgeving heersende  
5 druk.

De toe te passen schuimmiddelen kunnen zijn gekozen uit fysische schuimmiddelen en chemische schuimmiddelen.

Als fysische schuimmiddelen kunnen worden aangeduid kooldioxide, stikstof, lucht, zuurstof, edelgassen, water en  
10 iso-alkanen zoals isopentaan.

Ook chemische schuimmiddelen kunnen worden toegepast en daarvan kunnen natriumbicarbonaat en azodicarbonamide worden genoemd.

In een eerste voordelige uitvoeringsvorm van de werkwijze  
15 volgens de uitvinding bij verwerking van polypropyleen is het schuimmiddel stikstof dat wordt toegepast in een hoeveelheid van ten hoogste ongeveer 0,12 % betrokken op het gewicht van de thermoplastische kunststof en bij voorkeur in een hoeveelheid van 0,05 tot 0,10 % betrokken op het gewicht van de thermoplas-  
20 tische kunststof.

Experimenten hebben aangetoond dat voor stikstof bij een schuimceldiameter van ongeveer 50 micrometer een dichtste bolstapeling een hoeveelheid gas van ten hoogste ongeveer 0,12 % is benodigd.

25 De hoeveelheid van 0,12 gew.% is de bij voorkeur toe te passen maximale hoeveelheid wanneer stikstof als schuimmiddel wordt toegepast.

Wanneer het schuimmiddel kooldioxide is wordt dit bij de verwerking van polypropyleen toegepast in een hoeveelheid van  
30 ten hoogste ongeveer 0,19 % betrokken op het gewicht van de thermoplastische kunststof en bij voorkeur in een hoeveelheid van 0,10 tot 0,15 % betrokken op het gewicht van de thermoplastische kunststof.

De hoeveelheid kooldioxide die benodigd is voor het vormen  
35 van een dichtste bolstapeling met een gelijkmatige schuimceldiameter van 50 micron in polypropyleen blijkt ten hoogste ongeveer 0,19 % te zijn en in de praktijk zal men voor het verkrijgen van een microschuim bevattend voorwerp met gelijkmatige schuimceldiameters de waarde van 0,19 gew.% niet aanmerke-  
40 lijk te boven dienen te gaan.

De hiervoor gegeven schuimmiddelhoeveelheden die theoretisch benodigd zijn voor het bereiken van een dichtste bolstapeling van gesloten cellen geldt voor polypropyleen met een dichtheid van ca.  $0,91 \text{ g/cm}^3$ . Indien de kunststof polyvinylchloride is (dichtheid ca. 1,4) ligt de theoretische hoogste schuimmiddelhoeveelheid op ongeveer 0,08 gew.% voor stikstof en 0,12 gew.% voor kooldioxide. Ook hier geldt weer dat de werkelijk gebruikte hoeveelheden bij voorkeur in hoofdzaak met de theoretische hoeveelheden schuimmiddel overeenkomen; kleine afwijkingen kunnen getolereerd worden doch leiden tot een minder resultaat. Voor PP en stikstof zal een hoeveelheid van 0,18 gew.% stikstof i.p.v. de theoretische 0,12 gew.% een nog steeds aanvaardbaar product geven dat echter ten opzichte van het theoretisch optimale product kwalitatief minder is.

De in de eerder besproken stand van de techniek toegepaste hoeveelheden van minimaal 2 gew.% liggen derhalve beduidend boven de in de werkwijze volgens de uitvinding toegepaste schuimmiddelhoeveelheden.

In een voorkeursuitvoeringsvorm van de hiervoor beschreven werkwijze volgens de uitvinding is de werkwijze een extrusiewerkwijze waarin tenminste één stroom thermoplastische kunststof onder druk door een aan het te vormen voorwerp zijn vorm gevende opening word geperst en vervolgens wordt afgekoeld waarin tenminste één stroom een schuimmiddel omvat. De extrusiewerkwijze kan een werkwijze zijn waarin één stroom thermoplastische kunststof tot een voorwerp wordt gevormd; ook kan de werkwijze een coëxtrusie-werkwijze zijn waarin twee of meer stromen thermoplastische kunststof door het extrusiemondstuk worden gevormd tot een uit meer lagen en/of meer onderling verbonden delen bevattend voorwerp waarvan dan tenminste één laag of deel geschuimd is.

In de hiervoor beschreven stand van de techniek WO 98/08667 wordt de stroom thermoplastische kunststof waarin een schuimmiddel is opgenomen zoals een gas, aan een kernvormingsbewerking onderworpen die bijvoorbeeld kan omvatten het opdelen van de stroom thermoplastische kunststof in meerdere deelstromen, het onderwerpen van elk van de deelstromen aan een drukval en het weer combineren van de deelstromen.

De hiervoor aangeduide extrusiewerkwijze kan een dergelijke kernvormingsbewerking eveneens omvatten.



In dit verband wordt ook verwezen naar aanvraagster's niet voorgepubliceerde Nederlandse octrooiaanvraag 1010057 waarin een werkwijze en inrichting worden beschreven voor het extruderen van geschuimde producten zoals buizen. *B19C 44/20, 44/50, 47/12*

5 Bedoelde aanvraag beschrijft een werkwijze voor het extruderen van geschuimde voorwerpen uit thermoplastische kunststof, waarbij een smelt bestaande uit verwarmde, met een schuimmiddel gemengde en onder druk staande kunststof door een nucleator en een het voorwerp vormgevende opening wordt geperst  
 10 en vervolgens wordt afgekoeld die is gekenmerkt doordat de smelt eerst door de vormgevende opening en vervolgens door de nucleator wordt geperst. De nucleator in bedoelde aanvraag omvat een veelvoud van fijne kanalen die bij voorkeur de vorm hebben van meerdere zeven met een maaswijdte van 50 tot 500  
 15 micrometer, bij voorkeur 100 tot 300 micrometer. Het type nucleator zoals hiervoor beschreven dient ter wijziging van het thermodynamisch evenwicht van het kunststof-schuimmiddelmengsel waardoor het uit oplossing komen van gas wordt bevorderd.

Doelmatig is in de werkwijze volgens de uitvinding in de  
 20 thermoplastische kunststof een deeltjesvormig kernvormend vulmiddel aanwezig dat, zoals de aanduiding aangeeft, door de aanwezigheid van fijne deeltjes tot vorming van kernen voor zich later ontwikkelende schuimcellen aanleiding geeft. Voor het gemak van lezen zal in het hierna volgende in plaats van  
 25 deeltjesvormig kernvormend vulmiddel veelal de term nucleatiemiddel worden gebruikt.

Bij voorkeur wordt een nucleatiemiddel toegepast met een aspectverhouding tussen 5 en 100. De aspectverhouding van een deeltje is de verhouding van de grootste tot de kleinste  
 30 afmeting van het deeltje en gebleken is dat met name goede resultaten worden verkregen met vulmiddelen van een plaatvormige structuur die leidt tot genoemde relatief hoge aspectverhouding. Geschikte middelen als nucleatiemiddelen zijn mica, kaolien, talk, grafiet, aluminiumtrihydraat etc.

35 Vulmiddelen van andere vorm, zoals bolvorm, kubusvorm, rechthoekvorm en draadvorm die bijvoorbeeld veelvuldig beschikbaar zijn met aspectverhoudingen in het gebied van 1,4 tot 4 vertonen een werking doch voldoen minder goed dan de middelen met een aspectverhoudingsgebied van 5 tot 100.

40 Middelen met een aspectverhouding tussen 1,4 en 4 zijn

bijvoorbeeld siliciumdioxide en bariumsulfaat.

Middelen met hoge aspectverhouding zoals aangegeven kunnen ook pigmenten zijn zoals titaandioxide en vlamvertragers zoals antimoonoxyde.

5 Een ander gegeven van belang in verband met de uitvinding is dat de nucleatiemiddelen bij voorkeur een relatief grote deeltjesafmeting dienen te bezitten voor een optimaal effect.

Talk van het type Luzenac® 1445 (gemiddelde deeltjes-  
grootte d50: 10 micrometer; d95 < 29 micrometer) geeft een  
10 regelmatig schuim met kleinere celdiameter dan Luzenac 10  
MOOS (d50: 3,7 micrometer; d95: 9,3 micrometer).

Een fijn krijt met een deeltjesafmeting van circa 1 micrometer werkt nauwelijks hetgeen verrassend is.

Algemeen kan van het toe te passen nucleatiemiddel worden  
15 gezegd dat dit bij voorkeur een gemiddelde deeltjesafmeting  
>3µm bezit en met meer voorkeur >10µm. Talk dat aan deze  
vereisten voldoet heeft bewezen goed te werken.

Bij het toepassen van nucleatiemiddelen wordt in het  
algemeen een vergroting van het aantal schuimcellen waargenomen  
20 in evenredigheid met het aantal deeltjes.

In dit verband wordt bijvoorbeeld gewezen op Lewis K.  
Cheung en Chul B. Park, American Society of Mechanical Engi-  
neers, 1996, 76 (Cellular and Microcellular Materials, blz. 81-  
103), waarin het effect van vulmiddelen zoals talk op de cel-  
25 dichtheid van geëxtrudeerde polypropyleenschuimen wordt bespro-  
ken en waarin wordt aangegeven dat toepassing van talk in  
concentraties van meer dan 5 gew.% betrokken op het totaal van  
het mengsel geen zin heeft aangezien bovenbedoelde concentratie  
de celdichtheid, d.w.z. het aantal cellen per eenheid van  
30 volume, niet noemenswaard meer toeneemt; dit resultaat geldt  
voor beide in bedoeld artikel onderzochte schuimgassen, te  
weten CO<sub>2</sub> en isopentaan.

Bovengenoemd artikel maakt eveneens melding van toename  
van het aantal open cellen bij toepassen van hoge concentraties  
35 talk; in de uitvinding is dit uiteraard ongewenst.

Bedoeld artikel past concentraties aan gas tussen 1 en 6  
gew.% toe terwijl in de onderhavige aanvraag, in verband met de  
gewenste dichtste bolstapeling, gewerkt wordt met concentraties  
die bijvoorbeeld voor stikstof zijn beperkt tot maximaal  
40 ongeveer 0,12% betrokken op het gewicht aan thermoplastische

kunststof en voor CO<sub>2</sub> tot maximaal ongeveer 0,19 procent bij verwerking van polypropyleen. Bij aanhouden van bedoelde lagere gasconcentraties die leiden tot een dichtste bolstapeling wordt verrassenderwijs een uitgesproken effect waargenomen van  
 5 verhoging van de vulmiddelconcentratie en in het bijzonder geldt dat wanneer talk wordt toegepast met een gemiddelde deeltjesafmeting >3 µm en bij voorkeur >10µm de volgende waarden worden verkregen.

10	Gew.% vulmiddel	Gem. schuimcel- diameter, micrometer
	-----	-----
	2,5	300-500
	5	150-250
15	10	80-120
	20	40-60
	40	20-30

We zien derhalve dat bij toenemende concentratie vulmiddel een bij benadering lineaire afneming van de schuimceldiameter wordt  
 20 waargenomen welke schuimceldiameter in hoofdzaak gelijkmatig is over het gehele schuim.

Dit betekent derhalve dat het aantal gevormde schuimcellen meer dan evenredig toeneemt met de concentratie aan nuclea-  
 tiemiddel.

25 Het hiervoor genoemde artikel van Cheung et al. suggereert dat toepassen van meer dan 5% talk geen zin heeft; in de onderhavige uitvinding is gevonden dat, bij een geschikt lage gasconcentratie, een opvallend effect op de schuimceldiameter optreedt en dat daardoor toepassen van zelfs hoge concentraties  
 30 vulmiddel voordelen biedt. Een toename van het aantal open cellen, zoals gerapporteerd door Cheung et al. wordt, vermoede-  
 lijk door de volgens de uitvinding toegepaste lage hoeveelheid schuimmiddel, niet gevonden.

In z'n algemeenheid zal het product aan bepaalde slagvast-  
 35 heidseisen moeten voldoen en in de uitvinding is het voordelig gebleken om een slagvastheidverbeterend middel aan de thermo-  
 plastische kunststof toe te voegen.

Een dergelijk slagvastheidverbeterend middel kan worden  
 gekozen uit polymere middelen zoals LDPE (Low Density Polyethy-  
 40 leen), ABS (Acrylonitryl Butadien Styreen), MBS (Metacryloni-

tril Butadien Styreen), EVA (Ethyleen Vinyl Acetaat), gechloreerd PE, laag kristallijne PP copolymeren (bijv. Adflex® 100QF), en dergelijke of mengsels daarvan en het middel of het mengsel van middelen wordt toegepast in een concentratie van 2 tot 40% betrokken op het gewicht van de thermoplastische kunststof en bij voorkeur 5-15%.

De schuimvorming wordt ook begunstigd door het toevoegen van een oppervlakte-actief middel aan de thermoplastische kunststof.

Oppervlakte-actieve middelen zijn algemeen bekend en worden gekozen uit oppervlakte-actieve middelen die worden verdragen door zowel de thermoplastische kunststof als het nucleatiemiddel en kunnen bijvoorbeeld zijn: vetalcoholen, esters op basis van di-carbonzuren en natuurlijke vetten/alcoholen met korte keten, esters van vetzuren met lange keten en alcoholen en dergelijke of mengsels daarvan terwijl een dergelijk oppervlakte actief middel of mengsel wordt toegepast in een concentratie van 0,1 tot 5% betrokken op het gewicht van de thermoplastische kunststof. Een geschikt oppervlakte-actief middel is glycerolmonostearaat (GMS).

In het bijzonder wordt het oppervlakte actieve middel toegepast in een concentratie van 0,3 tot 3 gew.% op het gewicht van de thermoplastische kunststof en bij voorkeur in een concentratie van 0,5 tot 2 gew.%.

De werkwijze volgens de uitvinding kan toegepast worden voor het vervaardigen van velerlei voorwerpen zoals platen, blokken, omhullingen en dergelijke; met veel voordeel wordt de werkwijze volgens de uitvinding zoals hiervoor beschreven toegepast voor het vormen van een buis waarbij twee uitvoeringsvormen in het bijzonder kunnen worden genoemd.

In de eerste plaats heeft de uitvinding betrekking op een werkwijze van het hiervoor beschreven type waarin het gevormde voorwerp een buis is waarin de binnen- en/of buitenwanden een schuimceldiameter bezitten die aanmerkelijk kleiner is dan 10 micrometer en bij voorkeur geen schuimcellen aanwezig zijn of slechts in rudimentaire vorm. De meer naar binnen toe gelegen delen van de buis bezitten dan het volgens de uitvinding nagestreefde gelijkmatige microschuimkarakter met zeer kleine schuimceldiameter waarbij de schuimceldiameter in het algemeen gelijkmatig van waarde is.

De aanwezigheid van zeer kleine schuimcellen (of zelfs de afwezigheid van schuimcellen) in het oppervlak van binnen- en buitenwand van een buis is wellicht het gevolg van het snel wegdiffunderen van de, geringe, gashoeveelheid uit een dunne  
5 oppervlakslaag tijdens het afkoelen van de gevormde buis.

In een andere uitvoeringsvorm van de werkwijze volgens de uitvinding is het gevormde voorwerp een buis waarin ter vorming van een volledig dichte binnen- en buitenwand van de buis de werkwijze als coëxtrusiewerkwijze wordt uitgevoerd en de stroom  
10 thermoplastische kunststof voor binnen- en buitenwand vrij van schuimmiddel wordt toegevoerd terwijl de schuimceldiameter in het schuimomvattende deel van de buis gelijkmatig is en in afhankelijkheid van de gewenste afmeting is ingesteld op een vooraf bepaalde waarde door de keuze van de concentratie aan  
15 geschikt nucleatiemiddel.

De uitvinding zal nu worden beschreven aan de hand van een aantal voorbeelden.

20

25

30

35

40

Materiaal	Type	Samenstelling gew. %						
				80	70	90		
PP	HMA6100			80	70	90		
PP	HY6100	90	80					
PP	Borealis CEC 4412						90	86
	Adflex Q100F					5		
	LDPE		10					
Talk	Luzenac 1445		10	20	30	5	10	10
Krijt	Durcal 15	10						
	Stikstof	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0,035
GMS								1
	Mastertec®							3
	Dichtheid (g/cm <sup>3</sup> )	0.62	0.59	0.65	0.74	0.56	0.58	0,59
	E-modulus (MPa)	580	400	650	720	370	470	500
	Celdiam. (µm)	100/- 200	50/- 100	25/75	20/50	100/- 200	50/- 100	50/- 100-

De percentages zijn betrokken op het totaal van het mengsel. HMA 6100 is een PP homopolymeer, HY 6100 en Borealis CEC 4412 zijn PP copolymeren. Mastertec is een gecombineerde kleurstof en vlamvertrager. Het bleek dat bij toepassing van dat middel in combinatie met de schuimvorming volgens uitvinding de buis in brandbaarheidsproeven een resultaat gaf dat bij ongeschuimde buizen met 1,5 maal meer vlamvertrager wordt aangetroffen.

Een nog verdere verbetering van de slagvastheid van buizen volgens het laatste voorbeeld wordt verkregen door toevoeging van 6 gew.% Adflex® 100QF. Uiteraard wordt daardoor de E-modulus wel enigszins lager.

De in de werkwijze toegepaste extrusietemperatuur blijkt, mits de concentratie aan gas gekozen wordt in verband met de hiervoor beschreven nagestreefde dichtste bolstapeling, weinig

kritisch. Uiteraard moet de thermoplastische kunststof voldoende vloeibaar worden bij de toegepaste extrusietemperatuur, zolang de thermoplastische kunststof maar voldoende vloeibaar is geworden geeft de werkwijze de gewenste resultaten.

5 De druk in het systeem is eveneens weinig kritisch; uiteraard moet de druk voldoende hoog zijn om voorafgaande aan de vormingsbewerking het gas in de kunststof in oplossing te houden.

Als thermoplastische kunststoffen wordt, zoals hiervoor  
10 aangegeven, polypropyleen genoemd; ook andere thermoplastische kunststoffen zoals polyethyleen, polyvinylchloride, polystyreen, ABS enz. kunnen worden toegepast.

C O N C L U S I E S

1. Werkwijze voor het vormen van een microschuim met gesloten cellen omvattend voorwerp uit thermoplastische kunststof waarin tenminste één gesmolten thermoplastische kunststof die een schuimmiddel omvat onder druk aan een vormingsbewerking  
5 wordt onderworpen en na tenminste gedeeltelijk aflaten van de druk wordt afgekoeld, **met het kenmerk**, dat de hoeveelheid schuimmiddel in hoofdzaak gelijk is aan de hoeveelheid die overeenkomt met de door het schuimmiddel afgegeven hoeveelheid gas die wordt omvat door een dichtste bolstapeling van de  
10 schuimcellen van een bepaalde, over het gehele schuim in hoofdzaak gelijkmatige, schuimceldiameter bij de tijdens het afkoelen heersende druk..

2. Werkwijze volgens conclusie 1, **met het kenmerk**, dat  
15 het schuimmiddel is gekozen uit fysische schuimmiddelen en chemische schuimmiddelen.

3. Werkwijze volgens conclusie 2, **met het kenmerk**, dat het schuimmiddel een fysisch schuimmiddel is gekozen uit  
20 kooldioxide, stikstof, lucht, zuurstof, edelgassen, water en isoalkanen zoals isopentaan.

4. Werkwijze volgens conclusie 2, **met het kenmerk**, dat het schuimmiddel een chemisch schuimmiddel is zoals natriumbi-  
25 carbonaat en azodicarbonamide.

5. Werkwijze volgens conclusie 2, 3, **met het kenmerk**, dat het schuimmiddel stikstof is en bij de verwerking van polypropyleen wordt toegepast in een hoeveelheid van ten  
30 hoogste ongeveer 0,12% betrokken op het gewicht van de thermoplastische kunststof en bij voorkeur in een hoeveelheid van 0,05-0,10 gew.%.

6. Werkwijze volgens conclusie 2, 3, **met het kenmerk**,  
35 dat het schuimmiddel kooldioxide is en bij de verwerking van polypropyleen wordt toegepast in een hoeveelheid van ten hoogste ongeveer 0,19% betrokken op het gewicht van de thermoplastische kunststof en bij voorkeur in een hoeveelheid van



0,10-0,15 gew.%.

7. Werkwijze volgens één of meer van de voorgaande conclusies, **met het kenmerk**, dat de werkwijze een extrusiewerkwijze is waarin tenminste één stroom thermoplastische kunststof onder druk door een aan het te vormen voorwerp zijn vorm gevende opening wordt geperst en vervolgens wordt afgekoeld en tenminste één stroom een schuimmiddel omvat.

8. Werkwijze volgens één of meer van de conclusies 1-7, **met het kenmerk**, dat in de thermoplastische kunststof een nucleatiemiddel aanwezig is.

9. Werkwijze volgens conclusie 8, **met het kenmerk**, dat een nucleatiemiddel met een aspectverhouding tussen 5 en 100 wordt toegepast.

10. Werkwijze volgens conclusie 7, 8, **met het kenmerk**, dat als nucleatiemiddel talk wordt toegepast met een gemiddelde deeltjesgrootte van >3 micrometer en bij voorkeur >10 micrometer.

11. Werkwijze volgens één of meer van de voorgaande conclusies 8-10, **met het kenmerk**, dat de concentratie aan nucleatiemiddel wordt gekozen in verband met de gewenste gemiddelde schuimceldiameter.

12. Werkwijze volgens conclusie 10-11, **met het kenmerk**, dat als nucleatiemiddel talk wordt toegepast in hoeveelheden passend bij de te vormen schuimceldiameter als volgt:

Gew.% vulmiddel	Gem. schuimceldiameter, micrometer
-----	-----
2,5	300-500
5	150-250
10	80-120
20	40-60
40	20-30

13. Werkwijze volgens één of meer van de conclusies 1-12, **met het kenmerk**, dat aan de thermoplastische kunststof een de slagvastheid van de kunststof verbeterend middel wordt toegevoegd.

5

14. Werkwijze volgens conclusie 13, **met het kenmerk**, dat de kunststof polypropyleen is en het de slagvastheid verbeterend middel gekozen is uit polymere middelen zoals laag-kristallijn PP, LDPE, ABS, MBS, EVA, gechloreerd PE e.d. of mengsels daarvan en het middel of mengsel van middelen wordt toegepast in een concentratie van 2-40% procent betrokken op het gewicht van de thermoplastische kunststof en bij voorkeur 5-15%.

10

15. Werkwijze volgens één of meer van de voorgaande conclusies 1-14, **met het kenmerk**, dat een oppervlakte actief middel wordt toegevoegd aan de thermoplastische kunststof.

15

16. Werkwijze volgens conclusie 15, **met het kenmerk**, dat het oppervlakte actief middel is gekozen uit vetalcoholen, esters op basis van dicarbonsuren en natuurlijke vetten/alcoholen met kort keten, esters van vetzuren met lange keten en alcoholen e.d. of mengsels daarvan en het middel wordt toegepast in een concentratie van 0,1-5% betrokken op het gewicht van de thermoplastische kunststof.

20

25

17. Werkwijze volgens conclusie 16, **met het kenmerk**, dat het oppervlakte actief middel wordt toegepast in een concentratie van 0,3-3 gew.%, bij voorkeur in een concentratie van 0,5-2%.

30

18. Werkwijze volgens conclusie 7, **met het kenmerk**, dat het gevormde voorwerp een buis is waarvan de binnen- en/of buitenwanden een schuimceldiameter kleiner dan 10 micrometer bezitten.

35

19. Werkwijze volgens conclusie 7, **met het kenmerk**, dat het gevormde voorwerp een buis is en ter vorming van een volledig dichte binnen- en buitenwand van de buis de werkwijze als coëxtrusie werkwijze wordt uitgevoerd en de stroom thermo-

40

plastische kunststof voor de binnen- en buitenwand vrij van gas wordt toegevoerd terwijl door toevoeren van gas en nucleatie middel aan de stroom voor het deel tussen de binnen- en buitenwanden wordt toegevoerd om de schuimceldiameter daarin in te stellen op een vooraf bepaalde waarde door keuze van de concentratie aan nucleatiemiddel.